

1. Пупышев А.А., Данилова Д.А. Термодинамическое моделирование для метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Г. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2005. 85 с.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ РЕНИЯ В МОЛИБДЕНОВЫХ КОНЦЕНТРАТАХ МЕТОДОМ АТОМНОЙ ЭМИССИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Стасик А.А.^(1,2), Пупышев А.А.⁽¹⁾, Печищева Н.В.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Институт Металлургии УрО РАН
620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

Для определения низких концентраций рения в молибденовых концентратах обычно используется способ разложения концентратов спеканием с щелочными плавнями и колориметрический анализ [1], либо прием отделения рения от матрицы пробы и анализ методом атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС). Данные методики анализа отличаются существенной трудоемкостью. Для определения массовой доли (0.001–0.04 %) рения в молибденовых концентратах нами был выбран прямой метод ИСП-АЭС с аксиальным наблюдением плазмы и использованием спектрометра Optima 2100.

Для разработки методики анализа подобран подходящий способ разложения концентратов, выбраны оптимальные операционные условия определения рения методом ИСП-АЭС [2], экспериментально изучены матричные помехи, подобран внутренний стандарт, набран статистический материал для аттестации методики.

Экспериментально изучены способы кислотного разложения и спекания молибденовых концентратов с различными плавнями [3] и выбран способ спекания с оксидом магния и минимальной добавкой пероксида натрия, позволяющий полностью разлагать пробу.

Ионизационные помехи матричных элементов и плавней были устранены введением добавки натрия, в тех же количествах что и в пробах, в образцы сравнения при построении градуировочной зависимости. Разработанная методика позволяет определять 0.001-0.04 мас. % рения в молибденовых концентратах с характеристиками погрешности не хуже чем по ГОСТ 2082.16-81.

1. ГОСТ 2082.16-81. Концентраты молибденовые. Метод определения рения. М.: Изд-во стандартов, 1982. 77 с.

2. Томпсон М. Руководство по спектрометрическому анализу с индуктивно связанной плазмой. М: Недра, 1988. 287 с.

3. Борисова Л. В., Ермаков А.Н. Аналитическая химия рения: М.: Наука, 1974. 319 с.

ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТ-ИОНОВ НА МОДИФИЦИРОВАННОМ ЗОЛОТОМ УГЛЕРОДНОМ ЭЛЕКТРОДЕ

Сагитова Е.Ф., Щеглова Н.В.

Сибирский Федеральный университет
660041, г. Красноярск, пр. Свободный, д. 79

Актуальность определения микроколичеств нитрит-ионов обусловлена высокой токсичностью и канцерогенностью их соединений (ПДК в воде составляет 3мг/л).

Методом инверсионной вольтамперометрии исследовано анодное окисление нитрит-ионов на модифицированном золотом углеродном электроде в различных электролитах: 0,02 М сульфате натрия, 1 М ортофосфорной кислоте, 1 М нитрате натрия.

Во всех фоновых растворах с добавкой NO_2^- на анодной вольтамперограмме при потенциале 0,76 В в режиме первой производной регистрируется пик тока, зависящий от концентрации NO_2^- в растворе, что позволяет использовать его в качестве аналитического сигнала. На ток пика оказывают влияние: параметры электрохимической обработки поверхности электрода, природа и концентрация фонового электролита, скорость развёртки потенциала, время накопления искомого аниона на поверхности рабочего электрода, присутствие сопутствующих в природных водах анионов.

Фоновым раствором, обеспечивающим более высокую чувствительность при анодной развертке потенциала (от 0,2 до 1,2 В) является 1 М ортофосфорная кислота. На ток анодного пика NO_2^- присутствие кислорода не влияет.

Основные параметры определения: развёртка потенциала от 0,2 до 1,2 В, скорость развёртки потенциала 100 мВ/с, потенциал накопления -0,1 В, время накопления 240 с для диапазона концентраций NO_2^- от 1 до 5 мг/дм³, при более высоких концентрациях нитрит-ионов время накопления – не более 100 с.

Определению не мешает 100-кратный избыток хлорид-ионов, 1000-кратный избыток нитрат-ионов, 100-кратный избыток сульфат-